

SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-3772-1995

Asam klorida untuk analisis produk industri

5.1. Kadar HCl

5.1.1 Bahan

- a. Larutan NaOH 1 N bebas karbonat.
- b. Larutan indikator methyl merah
0.1 gram methyl merah dihangatkan dengan 1.05 ml NaOH 0.2 M dan 5 ml ethanol 90%. setelah pelarutan sempurna tambahkan ethanol 50 % hingga mencapai 250 ml.

5.1.2 Peralatan

- a. Erlenmeyer tutup asah 300 ml
- b. Buret 50 ml
- c. Neraca analitis

5.1.3 Cara Kerja

- Timbang dengan teliti erlenmeyer tutup asah yang telah berisi aquades 30 ml, kemudian tambahkan 1.5 ml contoh dan timbang lagi.
- Titrasi dengan larutan NaOH 1 N dengan indikator larutan merah methyl.

5.1.4 Perhitungan

$$\text{Kadar HCl \% b/b} = \frac{V \times N \times 36.46 \times 100\%}{G}$$

V = Volume Larutan NaOH penitar
N = Normalitas Larutan NaOH penitar
G = Berat contoh dalam mg

5.2. Kadar Klor Bebas

5.2.1 Bahan

- a. Larutan Kalium Iodida 10 %
10 gram KI dilarutkan hingga 100 ml dengan aquadest

b. Larutan Tio Sulfat 0.01 N

c. Indikator Kanji

1 gram "soluble starch" dibasahi dengan 5 ml aquadest, selanjutnya diaduk dengan air mendidih hingga volume 100 ml.

5.2.2 Peralatan

a. Neraca Analitik

b. Buret mikro dengan skala terkecil 0.01 atau 0.02 ml

c. Erlenmeyer 300 ml

5.2.3 Cara Kerja

- Timbang erlenmeyer berisi \pm 50 ml aquades
- Tambahkan 15 ml contoh dan timbang lagi
- Tambahkan lagi 50 ml aquades, 1 ml larutan KI dan 0,5 ml larutan kanji, aduk dan biarkan ditempat gelap selama 2 menit.
- Titrasi dengan larutan Natrium Tio Sulfat 0,01 N hingga warna biru hilang.

5.2.4 Perhitungan

$$\text{Kadar Khlor Bebas \% b/b} = \frac{V \times N \times 35,46 \times 100\%}{B}$$

V = Volume Larutan Natrium Tio Sulfat

N = Normalitas Larutan Natrium Tio Sulfat

B = Berat contoh dalam mg

5.3. Kadar Sulfat

5.3.1 Bahan

a. Natrium Bikarbonat (NaHCO_3)

b. Larutan Penstabil

50 ml Glycerol dicampur dengan 30 ml HCl, 300 ml aquades, 100 ml alkohol dan 75 gram NaCl, diaduk hingga larutan sempurna.

c. Larutan Standar SO_4 yang mengandung 0.05 mg SO_4 per ml dari Na_2SO_4 anhidrat kering (130°C , 2 jam)

5.3.2 Peralatan

a. Neraca Analitik

- b. Pinggan penguap porselain 113 ml
- c. Spektrofotometer dapat dioperasikan pada gelombang 420 nm
- d. Pengaduk magnetik
Batang pengaduk magnet ukuran dan bentuknya harus sama antara yang digunakan untuk contoh dan standar.
- e. Labu Ukur 100 ml
- f. Buret

5.3.3 Cara Kerja

- Timbang 50 ml contoh ke dalam pinggan penguap porselain (a) dan tambahkan 10 mg NaHCO_3 perlahan-lahan.
- Uapkan diatas penangas air di dalam ruang asam hingga kering.
- Tambahkan 5 ml aquades hingga residu melarut.
- Setelah dingin pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml. Bilas dengan aquades hingga volume + 80 ml.
- Tambahkan 5 ml larutan penstabil. tepatkan volume labu dengan aquades kemudian aduk dengan pengaduk magnetik.
- Sambil diaduk tambahkan BaCl_2 kristal dengan sendok plastik kecil (0,2 - 0,3 ml), aduk terus selama 1 menit.
- Siapkan larutan blanko tanpa penambahan BaCl_2
- Tuangkan larutan ke dalam Cuvet dan ukur absorbansi pada panjang gelombang 420 nm.
- Lakukan pengukuran setiap 30 detik dengan larutan yang tersisa selama 4 menit dan laporkan pembacaan yang tertinggi.
- Tentukan grafik standar dengan cara kerja diatas dengan kepekatan standar 0 (blanko); 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 mg SO_4 dengan memipet larutan Standar SO_4 0,05 mg per ml berturut-turut 0 ml, 4,0 ml, 8,0 ml, 12,0 ml, 16,0 ml, 20,0 ml.

5.3.4 Perhitungan

$$\text{Kadar Sulfat \% b/b} = \frac{A}{B} \times 100 \%$$

A = mg SO_4 dari pembacaan grafik
B = Berat contoh dalam mg

5.4. Kadar Sulfit

5.4.1 Bahan

- a. Larutan KI 10 % (2.1.a)
- b. Larutan Indikator Kanji (2.1.c)
- c. Larutan Iodium 0.01 N

5.4.2 Peralatan

- a. Pipet 5 ml
- b. Buret Mikro (2.2.b)
- c. Neraca analitis
- d. Botol Timbang 25 ml.

5.4.3 Cara Kerja

- Timbang 5 ml contoh di dalam botol timbang yang telah diketahui bobotnya dan tuangkan ke dalam erlenmeyer berisi 400 ml aquades bebas CO₂ dan 1 ml larutan KI 10 %. bilas botol timbang dengan sedikit aquades.
- Tambahkan 2 ml indikator kanji dan titrasi dengan larutan Iodium 0.01 N hingga warna biru muda permanen.

5.4.4 Perhitungan

$$\text{Kadar Sulfit \% B/b} = \frac{V \times N \times 32.05 \times 100\%}{B}$$

Sebagai SO₂

V = Volume Larutan penitar
N = Normalitas Larutan penitar
B = Berat contoh dalam mg

5.5. Kadar Fe, Cu, Pb, Mn, Ni, As, dengan metoda "Atomic Absorption Spectrophotometer" (Spektrofotometer Serapan Atom).

5.1. Bahan.

- a. Seri Larutan Standar Fe, Cu, Pb, Mn, Ni, dan As yang mengandung 0 ppm sampai dengan 5 ppm.
- b. HCl 5 10 M

c. Larutan Pereduksi.

- Larutan NaBH_4 0.6 % dalam Aquades.
- Larutan NaOH 0.5 % dalam Aquades.
- Larutan KI 10 % dalam Aquades.

§ 5.2. Peralatan.

- Labu Ukur 100 ml.
- Neraca Analitik.
- Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) dengan kondisi :

Unsur	Kuat Arus (mA)	Bahan Baku	Panjang Gelombang (nm)	Lebar Celan (nm)	Background Correction
Fe	5	C_2H_2 -Udara	248.3	0.2	-
Cu	3.5	C_2H_2 -Udara	324.7	0.5	-
Pb	5	C_2H_2 -Udara	217.0	1.0	Ya
Mn	5	C_2H_2 -Udara	279.5	0.2	-
Ni	3.5	C_2H_2 -Udara	232.0	0.2	-
As	10	C_2H_2 Udara	193.7	1.0	Ya-tdk

Keterangan : As diukur Absorbansinya setelah penguapan AsH_3 dengan bantuan alat Vapor Generator Apparatus.

§ 5.3. Cara Kerja.

- Timbang 30 gram contoh dalam botol timbang bertutup asah masukkan kedalam labu ukur 100 ml.
- Dilas botol timbang dengan aquades dan tepatkan volume labu hingga tanda garis dan kocok hingga homogen.
- Ukur kadar logam-logam diatas sesuai dengan kondisi AAS yang telah ditetapkan (5.2.3.) dengan membaca Absorbansinya.
- Ukur Absorbansi larutan-larutan standar.
- Larutan blanko yang dipergunakan adalah aquades yang dipergunakan untuk pengenceran contoh.
- Hitung konsentrasi contoh dari grafik Standar.
X = ppm ; Y = absorbansi

Perhitungan :

$$\text{Kadar Logam (ppm)} = 100.000 \frac{A}{B}$$

A = Konsentrasi contoh dari pembacaan grafik dalam ppm

B = Berat contoh uji dalam mg.

5.6. Kadar Posfor.

5.6.1. Bahan.

- a. Larutan Pereduksi.
Larutkan dalam 100 ml aquades berturut-turut 3.7 gram NaSO_3 , 0.1 gram 1 amino, 2 naphthol-4-Sulfonic acid dan 6.2 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$. simpan dalam botol coklat dan harus diganti setelah dua minggu.
- b. Larutan Ammonium Molibdat.
48 gram $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam 800 ml aquades tambahkan 2.5 ml ammonia (s.g = 0.90) dan encerkan hingga 1 liter dengan aquades.
- c. Larutan Standar Posfor (P).
Buat larutan induk standar Posfor yang mengandung 0.5 mg P per ml dengan melarutkan KH_2PO_4 kering (1jam, 105°C) 2,197 gram dijadikan 1 liter dengan aquades.
- d. H_2SO_4 37 % v/v.
370 ml H_2SO_4 dituangkan kedalam 600 ml aquades dingin perlahan-lahan. setelah dingin encerkan hingga 1 liter.
- e. H_2SO_4 37 % v/v yang mengandung Bismut.
Larutkan 1.2 gram $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ dalam 250 ml H_2SO_4 37 % v/v ketika masih hangat.
- f. HNO_3 1:4
- g. H_2SO_4

5.6.2. Peralatan.

- a. Spectrophotometer yang dapat dioperasikan pada panjang gelombang 650 nm.
- b. Neraca analitis.
- c. Cawan platina kapasitas 100 ml.
- d. Labu ukur 100 ml.

6.3. Cara Kerja.

- Timbang kedalam cawan platina 20 gram contoh.
Tambahkan perlahan lahan 1 ml H_2O_2 1 : 4 dan 2 ml H_2SO_4 1 : 10.
- Uapkan diatas pemanas pasir hingga timbul uap putih (uap coklat hilang).
 - Dinginkan, tambahkan 1 ml aquades aduk dengan menggoyang cawan, tambahkan dua tetes H_2O_2 .
 - Uapkan lagi hingga timbul uap putih dan dinginkan.
 - Pindahkan residu kedalam labu ukur 100 ml, bilas cawan Platina hingga volume ± 75 ml.
 - Tambahkan 5 ml H_2SO_4 37 % v/v yang mengandung Bismut, homogenkan, 5 ml larutan ammonium molbdat homogenkan, 5 ml larutan pereduksi tepatkan volume labu dengan aquades dan kocok hingga homogen.
 - Biarkan 10 menit ± 1 menit dan ukur absorbansi larutan pada panjang gelombang 650 nm terhadap blanko larutan-larutan yang dipakai.
 - Kerjakan juga pengukuran absorbansi larutan standar fosfor seperti pada contoh dengan kepekatan 0 s/d 1 mg P per 100 ml.
 - Buat grafik standar fosfor.
X = ppm, Y = Absorbansi.
 - Tentukan kepekatan contoh dari absorbansinya terhadap grafik standar.

Perhitungan.

$$\text{Kadar fosfor} = 100.000 \frac{A}{B}$$

(ppm)

A = ppm contoh dari grafik.

B = Berat contoh uji dalam mg.

7. Warna.

- ASTM E 224-88

8. Berat Jenis pada 15,5 °C.

- ASTM E 224-88

9. Kadar Abu Sulfat.

- ASTM E 224-88

6. SYARAT PENANDAAN

Pada label harus dicantumkan:

- Spesifikasi
- Tanda B 3
- Kode produksi
- Berat bersih
- Nama dan alamat produsen

7. CARA PENGEMASAN

Asam klorida untuk analisis produk industri dikemas dalam wadah tertutup rapat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id